

Japanese Patent Publication

Japanese Publication Number: 10-501270 A

Date of Japanese Publication: 03.02.1998

Number of Claims: 17

Int. Cl: C10M 107/44

B22F 3/02

C10N 40:20

Title of Invention: LUBRICANT FOR METAL-POWDER COMPOSITIONS,
METAL-POWDER COMPOSITION CONTAINING THE
LUBRICANT, METHOD FOR MAKING SINTERED
PRODUCTS BY USING THE LUBRICANT, AND THE USE OF
SAME

Japanese Application Number: 8-500760

Date of Entry: 02.12.1996

International Application Number: PCT/SE95/00636

International Filing Date: 01.06.1995

International Publication Number: WO95/33589

International Publication Date: 14.12.1995

Convention Priority: 9401922-1

Date of Priority: 02.06.1994

Country: SE

Applicant: HÖGANÄS AB

Inventor(s): STORSTRÖM, Helge
JOHANSSON, Björn

Attorney: Hiroshi ASAMURA et al.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平10-501270

(43) 公表日 平成10年(1998) 2月3日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

C 1 0 M 107/44

7011-4H

C 1 0 M 107/44

B 2 2 F 3/02

8019-4K

B 2 2 F 3/02

M

// C 1 0 N 40:20

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願平8-500760

(86) (22) 出願日 平成7年(1995) 6月1日

(85) 翻訳文提出日 平成8年(1996) 12月2日

(86) 国際出願番号 P C T / S E 9 5 / 0 0 6 3 6

(87) 国際公開番号 W O 9 5 / 3 3 5 8 9

(87) 国際公開日 平成7年(1995) 12月14日

(31) 優先権主張番号 9 4 0 1 9 2 2 - 1

(32) 優先日 1994年6月2日

(33) 優先権主張国 スウェーデン (S E)

(81) 指定国 E P (A T , B E , C H , D E ,
D K , E S , F R , G B , G R , I E , I T , L U , M
C , N L , P T , S E) , A U , B R , C A , C N , J
P , K R , M X , P L , R U , S G , U S

(71) 出願人 ホガナス アクチボラゲット

スウェーデン国エス - 263 83 ホガ
ナス (番地なし)

(72) 発明者 ストルストロム, ヘルゲ

スウェーデン国 エス - 263 52 ホ
ガナス, レルベルゲッツ ビィヤベーク
23 ビー

(72) 発明者 ヨハンソン, ブョルン

スウェーデン国 エス - 263 32 ホ
ガナス, ラングガタン 19

(74) 代理人 弁理士 浅村 皓 (外3名)

(54) 【発明の名称】 金属粉末組成物用潤滑剤、潤滑剤含有金属粉末組成物、潤滑剤を用いた焼結済み製品の製法及びその使用方法

(57) 【要約】

冶金粉末組成物用潤滑剤が重量平均分子量 M_v が最大30,000であるアミド型のオリゴマーを含有する。この潤滑剤含有金属粉末組成物、及びこの潤滑剤を用いる焼結製品の製法も開示している。更にこの潤滑剤の温間成形での使用方法が記載されている。

【特許請求の範囲】

1. 重量平均分子量 M_w が30,000以下のアミド型オリゴマーから本質的になることを特徴とする、冶金粉末組成物の温間成形用潤滑剤。
2. 分子量 M_w が少なくとも1,000である、請求項1の潤滑剤。
3. オリゴマーは重量平均分子量 M_w が2,000～20,000の範囲にある、請求項1又は2に記載の潤滑剤。
4. オリゴマーは繰返し単位 $-\text{[NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{CO]}_n-$ （式中、 m は6～12の範囲にあり、 n は5～50の範囲にある）を含有するラクタムを含む、請求項1に記載の潤滑剤。
5. オリゴマーがジアミンとジカルボン酸から誘導されたもので、繰返し単位 $-\text{[NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{NHCO}(\text{CH}_2)_n-\text{CO]}_x-$ （式中、 m と n は4～12の範囲にあり、 x は2～25の範囲にある）を含有している、請求項1に記載の潤滑剤。
6. オリゴマーは、 $-\text{[NH} \cdots \text{の位置に}-\text{H} ; -\text{CO}-\text{R}$ （式中、 R は直鎖若しくは分岐の $\text{C}_2 \sim \text{C}_{20}$ の脂肪族基若しくは芳香族基、好ましくはラウリン酸、2-エチルヘキサン酸若しくは安息香酸である）；又は $-\text{CO}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ （式中、 n は6～12）から選択した末端基があり、しかも、 $\cdots-\text{CO]}-$ の位置に $-\text{OH} ; -\text{NH}-\text{R}$ （式中、 R は直鎖若しくは分岐の $\text{C}_2 \sim \text{C}_{22}$ の脂肪族基若しくは芳香族基、好ましくは $\text{C}_6 \sim \text{C}_{12}$ の脂肪族基；又は $-\text{NH}=(\text{CH}_2)_n-\text{NH}$ （式中、 n は6～12）から選択した末端基がある、請求項1に記載の潤滑剤。
7. オリゴマーは、融点ピークが120～200℃の範囲にある、請求項1～6のいずれか1項に記載の潤滑剤。
8. 鉄ベース粉末と潤滑剤とを含有する熱成形用金属粉末組成物において、潤滑剤は重量平均分子量 M_w が最大30,000であるアミド型のオリゴマーから本質的になることを特徴とする金属粉末組成物。
9. オリゴマーは分子量が2,000～20,000であり、1重量%以下の量で存在している、請求項8に記載の金属粉末組成物。

10. 金属粉末は圧縮性の高い鉄ベース粉末であり、潤滑剤の少なくとも80%はオリゴマーから構成されている、請求項8又は9に記載の金属粉末組成物。

11. 鉄ベース粉末は炭素含有量が最大0.04重量%である、請求項10に記載の金属粉末組成物。

12. オリゴマーは全組成物の0.2~0.8重量%を構成している、請求項8~11のいずれか1項に記載の金属粉末組成物。

13. 結合剤、加工助剤、硬質成分から成る群から選択された添加剤を1種以上を更に含有する、請求項8~12のいずれか1項に記載の金属粉末組成物。

14. 下記の工程：

a) 鉄ベース粉末と潤滑剤を混合して金属粉末組成物とし、
b) この鉄ベース粉末組成物を予め定めた温度に予熱し、
c) この金属粉末組成物を予熱金型中で成形し、
d) この成形済み金属粉末組成物を1050℃以上の温度で焼結することからなる焼結製品の製法において、潤滑剤は重量平均分子量 M_w が30,000以下であるアミド型のオリゴマーから本質的になることを特徴とする方法。

15. 工程b)の粉末組成物はオリゴマーの融点よりも5~50℃低い温度に予熱する、請求項14に記載の方法。

16. 工程c)の金型は予熱金属粉末組成物の温度よりも0~30℃高い温度に予熱する、請求項14又は15に記載の方法。

17. 重量平均分子量 M_w が最大30,000であるアミド型のオリゴマーから本質的になる潤滑剤の温間成形での使用方法。

【発明の詳細な説明】

金属粉末組成物用潤滑剤、潤滑剤含有金属粉末組成物、 潤滑剤を用いた焼結済み製品の製法及びその使用方法

発明の分野

本発明は冶金粉末組成物用潤滑剤、及びこの潤滑剤を含有する金属粉末組成物に関する。更に、本発明はこの潤滑剤を用いた焼結製品の製法、及びこの潤滑剤を金属粉末組成物中で熱成形で使用することに関する。特に本発明は熱圧縮時の未焼結強度（圧粉体強度）が高い製品が得られる潤滑剤に関する。

発明の背景

工業界では金属粉末組成物を成形、焼結して製造した金属製品の使用がますます普及してきている。いろいろな形状と厚さの多くの異なる製品が製造されており、これらの製品に対する品質上の要求が絶えず提起されている。従って、完成金属製品は密度が高く、且つ強度が高いことが最も重要である。

金属の成形ではいろいろな標準温度範囲が用いられており、従って、冷間圧縮成形が主として金属粉末の成形に利用されている（このときの粉末は室温である）。また、ホットアイソスタティック成形（HIP、熱間静水圧圧縮成形）と温間成形（冷間圧縮成形温度とHIP温度間内での温度下での成形）も利用される。冷間圧縮成形と温間成形の両方とも潤滑剤の使用が必要である。

室温よりも高い温度下での成形の利点は明白であり、低圧下で行う成形よりも高密度、高強度の製品が得られる。

冷間成形で使用する潤滑剤の多くは高温成形では利用できない。潤滑剤は限定された温度範囲内でのみ有効であると考えられるからである。有効でない潤滑剤では成形金型の摩耗がかなり増加する。

金型の摩耗程度は各種の因子、例えば金型材料の硬度、使用圧力、圧粉体型抜き時の圧粉体と金型壁間の摩擦の影響を受ける。この最後の因子は使用潤滑剤との関連性が大きい。

型抜き力とは圧粉体を金型から押出すのに要する力である。型抜き力が高いと

成型金型の摩耗が増加するだけでなく、圧粉体をも損傷させるので、この力は低

い方が好ましい。

しかし、潤滑剤の使用は成形上問題があり、従って潤滑剤は行なう成形の形に充分適していることが重要である。

満足に行うには潤滑剤は成形作業中に粉末組成物の細孔構造体から押出されて圧粉体と金型との間隙中に入り込み成形金型壁を潤滑することが必要である。このように成形金型壁を潤滑することで型抜き力が低下する。

潤滑剤をこの圧粉体から抜出す必要性の別の理由はもし抜出さないときは焼結後に圧粉体中に細孔を生ずることになる。細孔が大きいと製品の動的強度に悪影響があることは公知である。

背景技術

米国特許第5, 154, 881号明細書(ルッツ)は、アミド潤滑剤含有金属粉末組成物をベースとする焼結製品の製法を開示する。モノカルボン酸、ジカルボン酸、ジアミンとの反応生成物からなるこの潤滑剤のほかに、この組成物は鉄ベース粉末を含有する。このアミド潤滑剤はジアミド、モノアミド、ビスアミド、ポリアミドから主として構成されるアミド生成物からなる。(第4欄、第55～56行)。潤滑剤として特に好ましいのはエチレン・ビスステアロアミド生成物

であるアドバワックス(Advawax)®450、又はプロモールド(Promold)®450である。

更に、ミュセラ(Musella)の米国特許第4, 955, 789号には温間成形についてのより一般的な記述がある。この特許によれば、一般的に冷間成形に用いる潤滑剤、例えばステアリン酸亜鉛が温間成形にも用いられる。しかし、現在、冷間成形に一番よく使用されている潤滑剤であるステアリン酸亜鉛、又はエチレン・ビスステアロアミド〔アクラワックス(Acrawax)^Rとして市販されている〕を温間成形に用いることは実用上不可能であることが判った。生ずる問題は満足のゆく金型充填が難しいことによるものである。

従って、本発明の目的は圧縮性の高い鉄ベース粉末と組合せた潤滑剤から、圧粉体強度と圧粉密度が高い成形製品と、及び焼結密度が高く、型抜き力の低い焼結製品とが製造出来る潤滑剤を提供することにある。圧粉体強度の改善は特に重

要である。圧粉体強度が高いと圧粉体が機械加工出来るようになり、成形と焼結間での圧粉体の取扱いが容易になり、更に密度と強度とが高い焼結体で得られる。薄肉の部品の場合これが特に重要である。従って、製品は成形と焼結間での取扱い中は絶えず亀裂なく保つことが必要であり、さもないと圧粉体は成形金型から型抜きするときかなりの応力を受けるため損傷してしまう。

発明の概要

本発明の潤滑剤は重量平均分子量 M_w が最大30,000、好ましくは最小1,000のアミド型のオリゴマーから本質的になる。更に好ましくは M_w は2,000～20,000の間である。本明細書では「オリゴマー」なる表現には低ポリアミド、即ち、分子量 M_w が最大30,000のポリアミドも含む。オリゴマーの分子量は高すぎないことが重要である。製品の密度は低くなり過ぎてしまい、工業的応用で関心が失われてしまうからである。本明細書では「本質的になる」という文言は、本発明によって少なくとも80重量%、好ましくは少なくとも85重量%、更に好ましくは90重量%の潤滑剤がオリゴマーから構成されることを意味する。

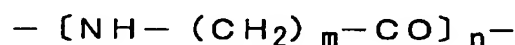
更に、本発明は鉄ベース粉末と上記の潤滑剤とを含有する金属粉末組成物、及び焼結製品の製法に関する。本発明の方法は

- a) 鉄ベース粉末と潤滑剤とを混合して金属粉末組成物とし、
- b) この金属粉末組成物を予め定められた温度に予熱し、
- c) この金属粉末組成物を金型中で成形し、
- d) 成形金属粉末組成物を1050℃以上の温度で焼結する工程から成るもので、この方法で本発明の潤滑剤を用いることにある。

更に、本発明は本発明の潤滑剤を冶金粉末組成物中で温間成形で使用する事に関する。

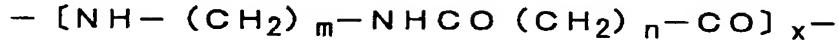
発明の詳細な説明

本発明の潤滑剤は下記の繰返し単位を含有するラクタムを含むオリゴマーを含有する：



(式中、 m は5～11の範囲にあり、 n は5～50の範囲にある)。

更に、このオリゴマーはジアミンとジカルボン酸とから誘導してもよく、下記の繰返し単位を含有する



(式中、 m と n は4～12の範囲にあり、 $m+n$ は12よりも大であり、 x は2～25の範囲にある)。

上記の繰返し単位を含有するオリゴマーは異なる末端基を有していてもよい。

— $[\text{NH}-\cdots$ の位置での適切な末端基は、例えば、 $-\text{H}$ ； $-\text{CO}-\text{R}$ (式中、 R は直鎖若しくは分岐の $\text{C}_2\sim\text{C}_{20}$ の脂肪族基若しくは芳香族基、好ましくはラウリン酸、2-エチルヘキサン酸若しくは安息香酸)；及び $-\text{CO}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ (式中、 n は6～12)である。 $\cdots-\text{CO}]$ —の位置での適切な末端基は、例えば、 $-\text{OH}$ ； $-\text{NH}-\text{R}$ (式中、 R は直鎖若しくは分岐の $\text{C}_2\sim\text{C}_{20}$ の脂肪族基若しくは芳香族基、好ましくは $\text{C}_6\sim\text{C}_{12}$ の脂肪族基； $-\text{NH}-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}_2$ (式中、 n は1～16)である。

更に、本発明の潤滑剤中のオリゴマーは融点ピークが $120\sim200^\circ\text{C}$ の範囲にあるものでもよく、多孔性、又は非多孔性構造でもよい。

潤滑剤は金属粉末組成物全量基準で本発明の金属粉末組成物の0.1～1重量%、好ましくは0.2～0.8重量%を構成する。本発明の潤滑剤は少量でよいことは本発明の特に利点としての特徴である。これにより高密度が達成できるからである。

本明細書中、また請求の範囲で記載したように、「鉄ベース粉末」なる表現は本質的に純鉄から構成された粉末；最終製品の強度、焼入れ性、電磁性、又はその他の望ましい性質を改善するその他の物質と予備合金化させた鉄粉末；及びこのような合金元素粒子と混合した鉄粒子（拡散焼なまし混合物、又は純粋に機械的な混合物）を含む。合金元素は、例えば、銅、モリブデン、クロム、マンガン、リン、黒鉛形態の炭素、タングステンであり、これらは単独に、又は組合せて、例えば、化合物(Fe_3P 及び FeMo)の形で用いられる。本発明の潤滑剤を圧縮性の高い鉄ベース粉末と組合せて用いると意外にも良い結果が得られる。一般にこのような粉末は低炭素含有量、好ましくは0.04重量%以下である。かかる粉末には例えばジスタロイ(Distaloy)AE、アスタロイ(Astaloy)Mo、

及びASC100、29が含まれ、これらは全てスウェーデンのホンガネス (Hoe-ganaes) 社から市販されている。

鉄ベース粉末と本発明の潤滑剤のほかに、本粉末組成物は結合剤、加工助材、及び硬質成分 (hard phase) からなる群から選択された添加物の1種以上を含有してもよい。結合剤は米国特許第4834800号に記載の方法に従って本粉末組成物に添加してもよい（この米国特許はこれを引用することにより本明細書の1部を構成するものとする）。

本金属粉末組成物で用いられる結合剤は例えばセルローズ・エステル樹脂、アルキル基の炭素数が1～4のヒドロキアルキル・セルローズ樹脂、又は熱可塑性フェノール樹脂からなる。

本金属粉末組成物で用いられる加工助材はタルク、クドカンラン石（ホルステライト）、硫化マンガン、硫黄、二硫化モリブデン、窒化硼素、テルル、セレン、二弗化バリウム、二弗化カルシウムからなり、これらは単独に、又は組合せて用いられる。

本金属粉末組成物で用いられる硬質成分はタングステン、バナジウム、チタン、ニオブ、クロム、モリブデン、タンタル、ジルコニウムのそれぞれの炭化物；アルミニウム、チタン、バナジウム、モリブデン、クロームのそれぞれの窒化物； Al_2O_3 ； B_4C ；及び各種のセラミック材からなる。

本発明の潤滑剤のほかに、本金属粉末組成物は必要あればこのほかの潤滑剤、例えばステアリ酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、アミド・ワックス型の潤滑剤を含有してもよい。

従来の技術を用いて、鉄ベース粉末と潤滑剤とを混合して実質的均質な粉末組成物とする。

好ましくは、本発明の潤滑剤を金属粉末組成物に固体粒子の形で添加する。潤滑剤の平均粒径は特定のでないが、好ましくは3～100 μm の範囲である。

粒径が大き過ぎると、潤滑剤が成形時に金属粉末組成物の細孔構造を残すことが難しくなり、従って潤滑剤は焼結後の細孔を大きくさせ、強度的性質の劣化した圧粉体が生ずることになる。

本発明の温間成形では、本金属粉末組成物は加熱した成形金型に供給する前に

予熱しておくのがよい。このような予熱では潤滑剤は軟化又は融解を開始させないことが重要であり、これが開始すると成形金型充填時の粉末組成物の取扱いが難しくなり、密度が不均一で部品重量の再現性の悪い圧粉体を得られる。更に、潤滑剤に部分的予備融解を起さないこと、即ち、潤滑剤が均一な製品であることが重要である。

温間成形方法の工程は次の通りである。

- a) 鉄粉末と、高温潤滑剤と、必要あれば有機結合剤とを混合し、
- b) この混合物を好ましくは少なくとも120℃の温度に加熱し、
- c) 加熱粉末組成物を好ましくは少なくとも120℃の温度に予熱してある金型に移し、この組成物を好ましくは少なくとも120℃の高温下で成形し、次いで
- d) 少なくとも1050℃の温度でこの圧粉体を焼結する。

この方法の工程b)では、粉末組成物はオリゴマーの融点よりも5～50℃低い温度に予熱することが好ましい。また、金型はこの予熱した金属粉末組成物の温度よりも0～30℃高い温度に予熱しておくのがよい。

本発明が有効であり、圧粉密度と圧粉体強度とが高い製品が得られることを示すため、いくつかの試験を記載する。

試験1

以下の表1はいくつかの潤滑剤についてジスタロイAE〔ホガネス(Hoeganaes)社の市販品〕と、潤滑剤0.6重量%、黒鉛0.3重量%の温間成形における融点ピーク、重量平均分子量 M_w 、圧粉密度測定値(GD)、型抜き力(E_J, E)を示したものである。成形圧力は600MPa、金型は150℃の温度であった。供給粉末温度は130℃であった。

表 1
本発明の潤滑剤

潤滑剤	M _w g/mol	GD g/cm ³	Ej F kP/cm ²	粒径 μm	融点 ピーク
オルガゾル 3501	6500	7.34	170	10	140
オルガゾル 2001	18000	7.22	150	5	176
オルガゾル 2002 ¹⁾	40000	7.07	-	30	?
Fe 4908	4000	7.29	140		167
プロモールド® ²⁾	?	7.30			142
EBS ³⁾	590	-	-	-	140
グリラミド L16 ⁴⁾	35000	6.99	306		
H 2913-L ⁴⁾	2000	7.32	139 *		144

¹⁾ 本発明の範囲外

²⁾ 米国特許第5, 154, 891号の潤滑剤（実質的にエチレン・ビスステアロアミド=EBS）

³⁾ エチレン・ビスステアロアミド（高温下の充填操作では満足できる再現性は得られなかった）

⁴⁾ ポリアミド12型のオリゴマー

* 型抜き曲線は不均一

潤滑剤FE4908は非多孔性構造のポリアミド12型のオリゴマー（m=12）からなる。

オルガゾル®2001 UD NAT1、オルガゾル®3501 EXD NAT1、及びオルガゾル®2002はフランスのエルフ・アトシエム（Elf

Atochem）社の市販品である。

圧粉密度はISO3927に基づき測定し、型抜き力はホガネス法404に基づき測定した。

潤滑剤の融点ピークは融解曲線のピーク値として示され、米国ニュー・カスル

DE197201のTAインスツルメンツ社のモデル9123示差走査熱量測定装置を用いる示差走査熱量測定法(DSC)で測定した。

表1から判るように、本発明のオリゴマーを潤滑剤として用いるときは型抜き力は低く、高い圧粉密度が得られる。一方、分子量が高いオリゴマーでは圧粉密度は低過ぎる。しかし、分子量が低過ぎると型抜き力は不均一になる。

試験2

粉末温度が圧粉密度と型抜き力に対して効果の有無を確認するため以下の試験を行った。

前記の表1のFE4908含有組成物を150℃の温度に予熱しておいた金型で成形した。供給粉末の温度を変えた。その結果を下記の表2に示す。

表 2

粉末温度 ℃	圧粉密度 g/cm ³	型抜き力 kP/cm ²
20	7.09	151.8
100	7.12	137.0
130	7.14	131.1
150	7.16	133.8
170	7.20	130.1
185	7.35	164.3

表2から判るように、粉末温度が潤滑剤の融点ピークに近づくと圧粉密度(GD)は高くなる。型抜き力は潤滑剤の融点ピークよりも5～50℃低い範囲で最小値をとると考えられる。ある種のオリゴマーを最大効果のある潤滑剤として用いるときは、成形温度はオリゴマーの融解特性に合うようにする必要がある。

試験3

この試験は本発明の潤滑剤と米国特許第5,154,881号の潤滑剤をそれぞれ含有する粉末組成物の成形で得られた圧粉体の圧粉密度と圧粉体強度を比較

するために行った。

金属粉末組成物は下記の成分を含有するものであった。

組成物1 (本発明)

ジスタロイ®AE (ホンガネス社市販品)

黒鉛 : 0.3 重量%

オルガゾル®2001 UD NAT 1 : 0.6 重量%

組成物2 (米国特許第5,154,881号)

ジスタロイ®AE

黒鉛 : 0.3 重量%

プロモールド®450 (オハイオ州シンシナチのモートン・インターナショナル社市販品) : 0.6 重量%

成形はドルスト (Dorst) プレスで行った。金型温度は150℃であった。その結果を下記の表3に示す。

表 3

組成物	粉末温度 ℃	成形圧力 MPa	圧粉密度 g/cm ³	圧粉体強度 N/mm ²
1	20	600	7.22	27.4
	100	〃	7.22	28.5
	130	〃	7.22	29.0
	150	〃	7.22	29.7
	170	〃	7.24	31.4
	180	〃	7.34	41.3
	180	800	7.43	58.5
2	20	600	7.15	20.0
	100	〃	7.23	27.0
	120	〃	7.25	27.2
	160	〃	(7.32)*	(29.5)*

* 金型充填時の問題のため不確定値

表 3 から判るように、粉末温度が 20～120℃ の範囲のとき、この 2 種の潤滑剤からは類似の性質の製品が得られる。粉末温度が更に高くなると、本発明の潤滑剤を用いて成形した製品は圧粉密度と圧粉体強度が著しく高くなり始める。オルガゾル® 2001 を用いて成形した製品を次いで焼結して満足できる焼結性が得られることを確めた、これはその通りであった。

試験 4

本発明の金属粉末組成物と潤滑剤プロモールド® 450 含有先行技術金属粉末

組成物を比較するため更に試験を行った。

金属粉末組成物は下記の成分を含有するものであった。

組成物 1 (本発明)

ジスタロイ®AE

黒鉛：0.3重量%

オルガゾル®3501 EXD NAT：0.6重量%

組成物2（先行技術）

潤滑剤としてオルガゾルの代りにプロモールド450を用いた以外は上記と同じ

成形はドルスト・プレスで行った。金型温度は150℃であった。粉末は115℃の温度であった。その結果を下記の表4に示す。

表 4

組成物	成形力 MPa	型抜き力 kP/cm ²	圧粉密度 g/cm ³	圧粉体強度 N/mm ²	焼結密度 g/cm ³	寸法変化 ΔL%	曲げ強度 N/mm ²
1	593	230	7.34	77.6	7.29	+0.085	1443
2	600	327	7.30	27.9	7.29	-0.02	1488

表4から判るように、本発明の金属粉末組成物の成形で得た製品は圧粉体強度が著しく高かった。

試験5

本発明の潤滑剤は予備合金化鉄粉末と純鉄粉末を用いたときの同一効果の有無を確認するため更に試験を行った。

ローディゲ(Loedige)混合機を用いて下記の成分含有の2種の金属粉末組成物を混合した。

1. アスタロイ®Mo、ホンガネス社の予備合金化鉄粉末（Mo 1.5%含有）、黒鉛：0.2%、及びオルガゾル®3501 EXD NAT 1：0.6%
2. ASC100.29、噴霧純鉄粉末、黒鉛：0.2%、及びオルガゾル®3501：0.65%

その結果を下記の表5に示す。

表 5

試験製品	粉末温度 ℃	金型温度 ℃	成形圧力 MPa	圧粉密度 g/cm ³
1	120	130	730	7.40
2	120	130	730	7.42

表5から判るように、予備合金化鉄粉末と純鉄粉末を用いたとき同等の高圧粉密度が得られた。

従って、本発明の潤滑剤から圧粉密度と圧粉体強度が高く、焼結後の性質が充分である完全に満足のゆく製品が得られる。

試験6

下記の実験から判るように、本発明のオリゴマーは、たとえ得られた結果が従来の冷間成形用潤滑剤で得られる結果と較べての利点はないが、冷間成形にも用いることができる。更に、冷間成形にオルガゾルを使用することについては刊行物メタリカ変形14(1989)でP. モレラ(Molera)が提案している。その技術データの示すところによればモレラは分子量が40,000の化合物であるオルガゾル2002を用いている。下記の潤滑剤が使用されている。

ケノループ P11 (市販潤滑剤)

ステアリン酸亜鉛 (")

オルガゾル 2001 EXT D NAT 1

" 2002 D NAT 1

" 3502 D NAT 1

圧粉体の性状

組成物：ASC 100.29+0.8%潤滑剤(ローディゲ・レイバ混合機で2分間混合)

試験片：直径25mm；高さ約20mm

材 料	見掛け 密度 g/cm ³	流れ S/50g	圧粉密度 g/cm ³		型抜き力 Kp/cm ²	
			600MPa	800MPa	600MPa	800MPa
ケノループ	3.23	24.4	7.15	7.28	148	174
ステアリン酸亜鉛	3.34	25.6	7.18	7.31	199	233
2001	2.89	26.1	7.02	7.19	294	-*
2002	2.79	25.9	6.94	-*	-*	-*
3502	2.88	24.8	6.95	7.12	285	-*

-* 型抜き力が高いため試験はやむをえず中止。

評言

ケノループ(Kenolube)とステアリン酸亜鉛含有材料と較べて、各種のオルガソルを混合した材料は型抜き力がかなり高く、圧縮性が低い。これらのオルガソルの材料はまた見掛け密度を低下させる。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 95/00636

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC6: B22F 1/00, C10M 107/44 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC6: B22F, C10M		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
SE,DK,FI,NO classes as above		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
WPIL		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5154881 A (HOWARD G. RUTZ ET AL), 13 October 1992 (13.10.92), column 1, lines 54-64; column 4, lines 6-13, 23-28, 50-56 -----	1-17
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"C" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
5 Sept. 1995		21 -09- 1995
Name and mailing address of the ISA/ Swedish Patent Office Box 5055, S-102 42 STOCKHOLM Facsimile No. +46 8 666 02 86		Authorized officer Hans Bäckström Telephone No. +46 8 782 25 00

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

BEST AVAILABLE COPY

International application No.

PCT/SE 95/00636

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US-A-	5154881	13/10/92	EP-A, A, A	0555578	18/08/93
			JP-A-	5271709	19/10/93